



北京市地方计量技术规范

JJF (京) XXXX-XXXX

颗粒物采样器采样物理效率性能参数校准规范 气溶胶粒径谱仪法

Calibration Specification for Ambient Air Particulate Samplers Aerosol Size
Spectrum Method
(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

北京市市场监督管理局 发布

颗粒物采样器采样物理效率
性能参数校准规范
气溶胶粒径谱仪法

JJF(京) XXXX-XXXX

Calibration Specification for Ambient Air

Particulate Samplers Aerosol Size Spectrum Method

归口单位：北京市市场监督管理局

主要起草单位：北京市计量检测科学研究院

本规范委托 XXXXXXXX 负责解释

目 录

引 言	(2)
1 范围	(3)
2 引用文件	(3)
3 术语和计量单位	(3)
4 概述	(3)
5 计量特性	(4)
6 校准条件	(4)
7 校准项目和校准方法	(5)
8 校准结果表达	(9)
9 复校时间间隔	(9)

引 言

本规范依据 JJF1001-2011《通用计量术语及定义》、JJF1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF1059《测量不确定度评定与表示》编写。主要技术指标参考了 JJF1826-2020《空气微生物采样器校准规范》、GB3095-2012《环境空气质量标准》、GB/T38517-2020《颗粒生物气溶胶采样和分析通则》和 GB/T 39990-2021《颗粒生物气溶胶采样器 技术条件》的有关规定。

本规范为首次发布。

颗粒物采样器采样物理效率性能参数校准规范

气溶胶粒径谱仪法

1 范围

本标准适用于基于气溶胶粒径谱仪法的颗粒物采样器采样单元采样物理效率的校准。

2 引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 38517-2020《颗粒生物气溶胶采样和分析通则》

GB/T 39990-2021《颗粒 生物气溶胶采样器 技术条件》

3 术语和计量单位

3.1 气溶胶 aerosol

颗粒物悬浮于空气中形成的胶体系统。

3.2 颗粒物采样器 particle sampler

指专门用于采集空气中颗粒物的采样仪器，通过特定流量抽取空气，使气流中的颗粒物采集到固体或者液体介质中，一般由采样单元、气体流量控制单元和采样信息记录存储单元等部分构成。

3.3 采样物理效率 physical efficiency of sampling

在采样过程中能够采集到的某种特定粒径的气溶胶粒子数量占通过该采样器的此粒径气溶胶粒子总数的百分数。[GB/T 39990-2021]

4 概述

颗粒物采样器一般是通过粒子的空气动力学运动轨迹不同进行分离和采集，原理包括撞击式、虚拟撞击式和气旋式等，在生态环境、卫生疾控和生物医药等领域有广泛应用。颗粒物采样器检测原理如图 1 所示，环境气溶胶（对应浓度 C_0 ）通过采样头进入仪器，在采样部件由于颗粒尺寸或动力学运动特性，大部分被采样部件（滤膜、培养皿或采集液）所截留（对应浓度 C_1 ），剩下未被捕集或逃脱的颗粒随气流从出气口排出（对应浓度 C_2 ）。

根据采样物理效率的定义, 采样物理效率= C_1/C_0 。当采样管路和出口处对颗粒气溶胶的吸附和截留可忽略不计时, 可认为 $C_0=C_1+C_2$, 故通过气溶胶粒径谱仪分别测量 C_0 和 C_2 , 就可测量得到采样器的采样物理效率= $(C_0- C_2) / C_0$ 。

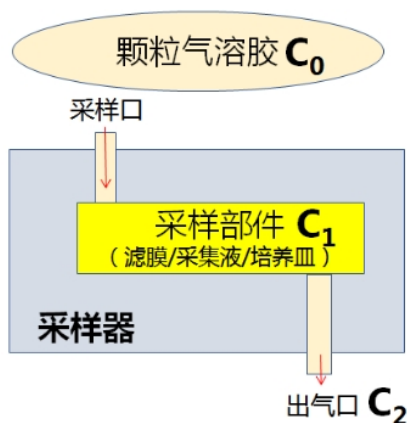


图 1 采样器采样物理效率检测原理图

气溶胶粒径谱仪法根据检测方法不同, 可分为直接检测法和曲线拟合法, 前者以目标粒径的微球标准物质直接进行检测, 得到该粒径采样物理效率, 后者通过测量多点粒径对应采样物理效率, 拟合采样物理效率曲线, 得到曲线上任意粒径的采样物理效率; 根据气溶胶粒径谱仪原理的不同可分为光散射粒径谱仪法和空气动力学粒径谱仪法, 前者以特定粒径的单分散微球标准物质进行检测, 曲线拟合时以微球标准物质的粒径为横坐标; 后者以多分散颗粒物进行检测, 曲线拟合时以动力学粒径谱仪的粒径值为横坐标。该方法只适用于采样管路和出口处对颗粒气溶胶的吸附和截留可忽略不计的情况。

5 计量特性

采样物理效率。

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度: $(10\sim 35)$ °C;

6.1.2 湿度: $\leq 85\%RH$;

6.1.3 大气压力: $(86\sim 106)$ kPa;

6.1.4 供电电源: AC (220 ± 22) V, 频率 (50 ± 1) Hz。

6.2 测量标准及其它设备

6.2.1 气溶胶粒径谱仪

粒径测量范围能覆盖目标粒径,如(0.3~20) μm ,粒径示值误差不超过 $\pm 15\%$,颗粒计数效率(100 ± 20)%。

6.2.2 颗粒物标准物质

单分散聚苯乙烯微球,国家有证标准物质,粒径范围能覆盖目标粒径,粒径 $U_r \leq 5\%$ ($k=2$);或者多分散的ISO A1尘。

对于光散射法气溶胶粒径谱仪,测量得到的是粒子的光散射直径,对于聚苯乙烯微球,密度1.05g/cm³左右,与密度1.0g/cm³差异小,其光散射直径与动力学直径相当。因此,对于光散射法气溶胶粒径谱仪,使用单分散聚苯乙烯微球进行检测。

对于空气动力学法气溶胶粒径谱仪,测量得到的是粒子的空气动力学直径,与颗粒密度无关,可使用不同材质的多分散颗粒物进行检测,例如多分散聚苯乙烯微球、ISO A1尘等。

6.2.3 颗粒物气溶胶模拟舱

该装置用于采样物理效率的检测,被检仪器所占体积不能超舱内体积的10%;整个检测过程保持舱内微正压(压差 $\leq 200\text{Pa}$),产生的颗粒物气溶胶浓度在一个检测周期(如果周期 $< 10\text{min}$,则按10min考核)内稳定性 $\leq 5\%$,均匀性 $\leq 5\%$ 。

7 校准项目和校准方法

7.1 检测前准备

7.1.1 采样器外观检查

通过目测、手动检查,确认采样器无损坏、破裂等影响采样性能因素。

7.1.2 采样器参数确认

根据使用说明书,了解颗粒物采样器额定工作流量和采集粒子空气动力学粒径范围。当采集生物气溶胶粒子时,还应确认采样器采样介质类型及剂量要求。

校准采样物理效率时,按说明书要求使用指定类型和剂量的采样介质,在额定工作流量下进行校准。

7.1.3 采样器的连接

颗粒物气溶胶模拟舱结构见附录A。根据采样器的采样单元与采样动力部分能否拆分使用,有以下两种连接方案。

7.1.3.1 可拆分的采样器

对于采样头与采样动力部分可拆分的采样器，将采样头拆下直接进行校准。使用合适的接口，将采样器连接至模拟舱内的采样器检测口，用模拟舱中配套的抽气泵对采样器进行抽气检测。连接处不漏气，尽量避免连接管路对颗粒物气溶胶的吸附或截留。为确保采样器的工作状态，需在安装采样器后，打开模拟舱的采样泵，待抽气泵运行稳定后，使用流量计对采样器进气口的流量进行测量，将其进气流量调整至其额定工作流量。

7.1.3.2 不可拆分的采样器

对于采样头与采样动力部分不可拆分的采样器，需要将整个采样器放置到气溶胶模拟舱内进行校准。使用合适的管路，将采样后的气溶胶出口连接至模拟舱内的采样器检测口，且中间不能有过滤膜等影响气溶胶出口浓度的措施。对于此类采样器，待其采样运行稳定后，观察并记录其显示屏的流量值，进行采样流量的确认。

7.2 颗粒物气溶胶的发生

7.2.1 雾化前准备

在每次雾化产生颗粒物气溶胶开始之前，需要清理模拟舱，将舱内残留的颗粒物排出舱外，保证舱内的颗粒物数浓度不超过 $5\text{个}/\text{cm}^3$ 。

7.2.2 颗粒物气溶胶的发生

选择粒径范围为 $(0.3\sim 10)\mu\text{m}$ 的单分散或多分散粒子，以单一组分或多种组分按一定比例混合分散到水或乙醇等液体溶剂中，配制成颗粒物悬浊液，用雾化产生气溶胶，通过稀释或加热除湿后，通入模拟舱并进行充分混合，使得气溶胶湿度不大于 $50\%RH$ ，目标粒径的颗粒物气溶胶浓度不低于 $500\text{个}/\text{cm}^3$ 。测量静态箱中三个以上点位抽取的气溶胶样品粒径和浓度，确保三个点的气溶胶浓度相对标准偏差 $\leq 10\%$ 。

对于粒径大于 $10\mu\text{m}$ ，一般难以通过雾化形成气溶胶，此时可选择流化床等其他原理的发尘装置，将固体颗粒物分散形成浓度足够均匀稳定的颗粒物气溶胶，要求同上。

7.3 采样物理效率

7.3.1 光散射粒径谱仪法

7.3.1.1 直接检测法

待模拟舱内的颗粒物浓度稳定，且采样流量稳定在采样器额定工作流量后，先通过参比管路，利用气溶胶粒径谱仪检测某个粒径气溶胶模拟舱颗粒物浓度（上游），取 1min 内测量结果平均值，记录为 C_{1ij} 。再切换气溶胶模拟舱中的电磁阀，使气路从被检采样器通过，利用气溶胶粒径谱仪检测经过采样器之后的某个粒径颗粒物浓度（下游），待浓度稳定后，取 1min 内测量结果平均值，记录为 C_{2ij} 。由 C_{1ij} 和 C_{2ij} 通过公式（1），可计算出采样器的在某一粒径时对应的采样物理效率 η_{ij} 。

再切换气溶胶模拟舱中的电磁阀，使气路再次通过参比管路，重复以上步骤 3 次，得到 3 个采样物理效率，再由公式（2）计算重复性，当 3 次测量结果的重复性 $\leq 10\%$ 时，测量结果有效，取 3 个采样物理效率的平均值，作为某个粒径对应的采样物理效率。当 3 次测量重复性 $> 10\%$ 时，测量无效，需要重新检测。

$$\eta_{ij} = \left(1 - \frac{C_{2ij}}{C_{1ij}}\right) \times 100\% \quad (1)$$

式中：

η_{ij} -----某个粒径点单次测量的采样物理效率，%；

C_{1ij} -----采样器上游的颗粒物浓度， $/\text{m}^3$ ；

C_{2ij} -----采样器下游的颗粒物浓度， $/\text{m}^3$ ；

i -----发生的气溶胶粒径点（ $i=1, 2, \dots, n$ ）；

n -----检测的气溶胶粒径点总数；

j -----某个粒径点测量的次数（ $j=1, 2, 3$ ）。

$$R = \frac{1}{\bar{\eta}} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^3 (\eta_i - \bar{\eta})^2}{3-1}} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

R -----某个粒径点采样物理效率测量重复性，%；

η_i -----某个粒径点单次测量的采样物理效率，%；

$\bar{\eta}$ -----某个粒径点采样物理效率的平均值（ $i=1, 2, 3$ ），%。

7.3.1.2 曲线拟合法

选取多种粒径的微球标准物质，每种微球参照 7.3.1 的方法进行检测，得到采样器在特定粒径时的采样物理效率。以微球标准物质的粒径为横坐标，以不同粒径对应的采样物理效率为纵坐标，通过曲线拟合，可得到采样器采样物理效率曲线。

根据曲线形状的不同，可选用合适的拟合算法，例如常见的保形拟合、样条拟合、反向非对称S方程拟合等。在完成曲线拟合后，计算拟合的曲线与原始数据的相关系数，选择最优的拟合算法，使相关系数满足 $r \geq 0.99$ ，得到采样物理效率曲线，如图2所示。

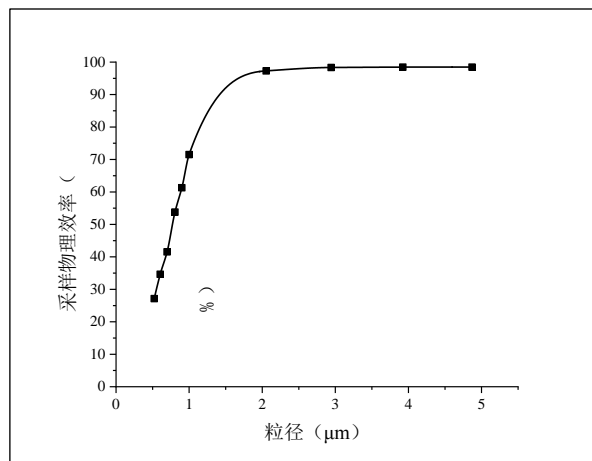


图 2 采样物理效率曲线拟合示例

根据采样物理效率曲线，可得到曲线上不同粒径对应的采样物理效率。

7.3.2 空气动力学粒径谱仪法

以多分散的粒子，参照 7.3.1 的方法进行检测，得到采样器在不同粒径时的采样物理效率。以气溶胶粒径谱仪得到的粒径为横坐标，以不同粒径对应的采样物理效率为纵坐标，通过曲线拟合，可得到采样器采样物理效率曲线。根据采样物理效率曲线，可得到曲线上不同粒径对应的采样物理效率。

7.3.3 采样物理效率测量误差

根据 7.3.1 或 7.3.2 测得某粒径对应的采样物理效率后，可通过公式 (3) 计算出该粒径点采样物理效率测得值与仪器标注的理论值之差，作为采样物理效率测量误差。

$$\eta_c = \eta_i - \eta_0 \quad (3)$$

式中：

η_c -----某个粒径点采样物理效率测量误差，%；

η_i -----某个粒径点采样物理效率测得值，%；

η_0 -----某个粒径点采样物理效率理论值，%。

8 校准结果表达

校准结果应在校准证书或校准报告上反映，校准证书或报告至少包括以下信息：

- a) 标题，如“校准证书”或“校准报告”；
- b) 实验室名称和地址；
- c) 进行校准的地点（如果不在实验室内进行校准）；
- d) 证书或报告的惟一性标识（如编号），每页及总页数的标识；
- e) 送校单位的名称和地址；
- f) 被校对象的描述和明确标识；
- g) 进行校准的日期，如果与校准结果的有效性和应用有关时，应说明被校对象的接受日期；
- h) 如果与校准结果的有效性和应用有关时，应对抽样程序进行说明。校准环境的描述；
- i) 对校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代码；
- j) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；
- k) 校准环境的描述；
- l) 校准结果及测量不确定度的说明
- m) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识、以及签发日期；
- n) 校准结果仅对被校对象有效的声明；
- o) 未经实验室书面批准，不得部分复制证书或报告的声明。

9 复校时间间隔

由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等因素所决定，因此送校单位可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔，建议不超过3年。如果对仪器的检测数据有怀疑或仪器更换主要部件及修理后，应对仪器重新校准。

附录 A

颗粒物采样器采样物理效率性能参数校准原始记录表格（推荐）

委托单号_____证书编号_____

送检单位_____校准地点_____

仪器名称_____仪器型号_____

仪器编号_____制造厂商_____

环境条件：温度_____℃ 湿度_____%RH

本次测量所使用的主要计量器具

标准器名称	编号	测量范围	不确定度/准确度等级/最大允许误差	证书编号/溯源单位	有效期至

采样物理效率

序号	粒径 (μm)	采样物理效率 (%)
1		
2		
3		
4		
5		
6		

校准员_____ 核验员_____ 校准日期：_____年___月___日

附录 B

颗粒物采样器采样物理效率性能参数校准证书内页

证书编号: ×××××-×××××

校准结果

校准项目	技术要求		校准结果
	序号	粒径 (μm)	采样物理效率 (%)
采样物理效率	1		
	2		
	3		
	4		
	5		
	6		

第×页 共×页

附录 C

颗粒物气溶胶模拟舱

图 C.1 是颗粒物气溶胶模拟舱结构示意图。本规范使用气溶胶粒径谱仪法评价颗粒物采样器采样单元的采样物理效率，该装置通过形成稳定的气溶胶环境，使用气溶胶粒径谱仪分别测量采样器上、下游的颗粒物浓度，检测采样器在多个粒径点对应的采集物理效率，得出采样物理效率曲线，从而实现对安德森多级撞击生物采样器采样物理效率的检测。其中，电磁阀切换到参比管路时，得到的是采样器上游的颗粒物浓度，切换到被检采样器时，得到的是采样器下游的颗粒物浓度。其中电磁阀切换前后，经过阀门的采样流量保持不变，该流量不能超过被检仪器的采样流量。

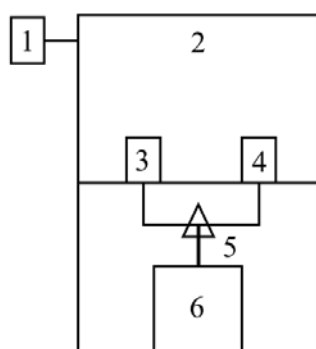


图 C.1 颗粒物气溶胶模拟舱示意图

1-颗粒物气溶胶发生装置，2-模拟舱，3-被检采样器，4-参比管路，5-电磁阀，6-气溶胶粒径谱仪

附录 D

采样物理效率测量结果的不确定度评定示例

D.1 概述

按规范要求，依次分别选择粒径范围为（0.3~10） μm 或其他粒径范围的多
种粒子，单分散或多分散均可，发生均匀、稳定的气溶胶，待浓度及待测采样器
的采样流量稳定后，利用气溶胶粒径谱仪检测上游（参比管路）和下游的气溶胶
浓度，计算采样器的采样物理效率。进行曲线拟合，相关系数 $r \geq 0.99$ ，得到采样
物理效率曲线得到采样物理效率为 50% 时对应的粒径 Da_{50} 。

D.2 不确定度评定依据

JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示技术规范；

JJF 1059.2-2012 用蒙特卡洛法评定测量不确定度技术规范。

D.3 测量模型

$$\delta = x_{50} - x_{50S} \quad (\text{D.4})$$

式中：

x_{50} --被检采样器采样物理效率为 50% 时的空气动力学粒径标称值， μm ；

x_{50S} --由采样物理效率曲线得到的采样物理效率为 50% 时的空气动力学粒径
实测值， μm ；

δ --采样物理效率为 50% 时的空气动力学粒径示值误差， μm 。

D.4 不确定度来源

影响 Da_{50} 的不确定度的因素有：

——采样物理效率测量的不确定度；

——采样物理效率曲线拟合引入的不确定度；

——颗粒物粒径引入的不确定度。

D.5 采样物理效率测量的标准不确定度评定

采样物理效率测量模型：

$$y = \frac{y_1 + y_2 + y_3}{3} \quad (\text{D.5}) \quad 13$$

式中： y_1 、 y_2 、 y_3 为3次测量采样器的采样物理效率。

标准不确定度计算公式：

$$u(y) = \sqrt{[u_a(y)]^2 + [u_b(y)]^2} \quad (\text{D.6})$$

式中： $u(y)$ 、 $u_a(y)$ 、 $u_b(y)$ 分别为采样物理效率的不确定度，以及其测量重复性和评价装置引入的不确定度分量。

D.5.1 测量重复性引入的标准不确定度

测量重复性引入的标准不确定度采用 A 类评定的方法。校准时测量 3 次，测量次数较少，因此用极差法按式 (D.7) 计算重复性引入的标准不确定度。以粒径为 $1\mu\text{m}$ 时的采样物理效率为例，由采样器在 $1\mu\text{m}$ 粒径处的测量数据计算采样物理效率测量重复性引入的标准不确定度。

$$u_a(y) = \frac{R}{C\sqrt{n}} = \frac{\max - \min}{C\sqrt{n}} = 0.51\% \quad (\text{D.7})$$

式中： R 为极差； C 为极差系数，测量次数为 3 时取 1.69； $n=3$ 为测量次数。

D.5.2 采样物理效率校准装置引入的标准不确定度

单次采样物理效率的测量模型：

$$y = \left(1 - \frac{C_2}{C_1}\right) \times 100\% \quad (\text{D.8})$$

式中： C_1 和 C_2 为同一气溶胶测量装置得到的采样器上下游的气溶胶浓度。

由气溶胶测量装置的校准证书可知其测量不确定度 $u(c)=5\%$ ， $k=2$ 。所以，由式 (D.8) 得 $u_{b,rel}(y) = \sqrt{2} u(c)/2 = 3.54\%$ ，换算成绝对量值得不确定度 $u_b(y) = 3.54\% \times 71.4\% = 2.53\%$ 。

D.5.3 采样物理效率的合成标准不确定度

$$u(y) = \sqrt{[u_a(y)]^2 + [u_b(y)]^2} = 2.58\%$$

D.6 采样物理效率拟合曲线的标准不确定度

根据各粒径对应的采样物理效率，拟合出采样物理效率曲线，通过拟合曲线可以推算出 50% 采样物理效率所对应的空气动力学粒径。拟合曲线方式多样化，现以反向非对称 S 形方程作为拟合曲线，提供不确定度计算范例。标准粒子粒径与该粒径的采样物理效率之间的关系式：

$$y = a + b \left\{ 1 - \left[1 + \exp \left(\frac{x + d \ln(2^{1/f} - 1) - c}{d} \right) \right]^{-f} \right\} \quad (\text{D.9})$$

式中：a、b、c、d、f 为 5 个常数；x 为标准粒子粒径；y 为该粒径的采样物理效率。

取 $y=50\%$ ，代入式 (D.9)，计算得到采样物理效率为 50% 处的空气动力学粒径，即为采样物理效率 Da_{50} 不确定度评定的测量模型 (D.10)。

$$x_{50} = c - d \ln \left(2^{\frac{1}{f}} - 1 \right) + d \ln \left[\left(1 - \frac{y - a}{b} \right)^{-1/f} - 1 \right] \quad (\text{D.10})$$

为了求得采样物理效率 Da_{50} 的不确定度，随机选取尽可能多的数据，利用公式 (D.10) 确定常数 a、b、c、d、f、 x_{50} 的值。

随后对 a、b、c、d、f、 x_{50} 的分布进行判断，经 SPSS 采用 PP 图法检验得到 a、b、c、d、f、 x_{50} 均符合正态分布。随后利用 Matlab 等计算软件，采用蒙特卡洛法对拟合过程中的 x_{50} 的标准不确定度进行测定，测定结果为 $u_c(y) = 1.92\%$ 。由标准物质证书得知采样物理效率 Da_{50} 评价过程中使用的单分散颗粒物的标准不确定度不超过 $u_d(y) = 2.5\%$ ，由式 (D.6) 计算合成标准不确定度：

$$u(y) = \sqrt{[u_c(y)]^2 + [u_d(y)]^2} = 3.15\% \quad U_r = k \cdot u(y) = 2 \times 3.15\% = 6.3\%$$

D.7 扩展不确定度

采样物理效率为 50% 时的空气动力学粒径扩展不确定度 $U_r = 6.3\%$ ($k=2$)